

## 明 細 書

金属線、金属帯もしくは金属パイプの連続真空浸炭方法および装置  
技術分野

[0001] 本発明は、一般的には、靱性と耐摩耗性に優れた金属材料の製造方法と装置に係る。

詳細には、本発明は、金属線、金属帯もしくは金属パイプの連続真空浸炭方法と、同方法を実施するための装置とに関する。

## 背景技術

[0002] 耐摩耗用材料として用いられる鋼のほとんどは、炭素含有量が比較的多く、冷間加工性が悪い。従って、例えば鋼線の冷間線引工程においては、加工硬化した線材に頻繁に歪取り焼鈍を実施して硬さを下げる必要がある。このような頻繁な歪取り焼鈍は、工程のリードタイムを長くする。

さらに、溶製材の場合には、その凝固過程で巨大一次炭化物が材料中に生成される。この巨大炭化物は、その後の熱間加工、冷間加工でも破壊しきれずに残存する。そのため、この材料を線材として使用する場合、巨大炭化物が破壊の応力集中源として作用し、欠けや折損を引き起こす。

[0003] このような問題点に対して、日本特許第3053605号は、成分バランスを限定した低炭素量の鋼材を、薄板や細線形状に加工し、その後に中心部まで浸炭化する技術を開示している。この技術は、硬質な炭化物が微細かつ均一に分布して、優れた靱性と耐摩耗性を有する金属材料を、高い製造効率で提供する。しかし、この特許には、線材や帯材に浸炭する際の問題点について何の言及もない。

[0004] 特開平6-192814号公報および特開平7-126829号公報は、金属帯に連続的に浸炭する方法を開示している。しかしながら、これら特許公報は、上述の特許が示しているような、材料の中心部まで均一に浸炭することについて、開示も示唆もしていない。

[0005] 鋼を浸炭する際の浸炭深さについて、実用上半無限遠深さの大きさを有する物体に浸炭を行う場合、浸炭ガスの炭素ポテンシャルを調節して浸炭するガス浸炭や、減

圧下で浸炭を行う真空浸炭は、既知の技術である。

しかし、鋼線など小径の材料の場合、材料半径と浸炭深さが同一であるので、上述の日本特許第3053605号に示されているような、被加工物を炉に入れてから浸炭源を加える浸炭方法(以下、バッチ処理)をこの材料に適用しても、浸炭条件のばらつきがそのまま材料断面内部の炭素量に反映されてしまう。

- [0006] これに加えて、特にガス浸炭の場合、材料表面部へのすすの付着により、浸炭量が多くなって粗大炭化物が生成し、あるいは表面酸化によって表面欠陥が生じたり、炭素量が不足して、所定の熱処理硬さが得られないという問題が生じやすい。

特に線径が小さい材料をバッチ処理する場合には、炉内への浸炭雰囲気ガスの導入の初期段階において、所定の浸炭量に達してしまい、その制御は困難を極める。さらに、比表面積が大きいぶん、表面欠陥の影響も無視できない。

発明の開示

発明が解決しようとする課題

- [0007] 本発明は、前述した問題点に鑑みて、材料への浸炭量のばらつきが極めて少なく、かつ表面酸化やスケーリングの無い、金属線、金属帯もしくは金属パイプの浸炭方法を提供することを目的とする。

本発明の他の目的は、上記方法を効果的に実施する浸炭装置の提供である。

課題を解決するための手段

- [0008] 上記第1の目的を達成するために、本発明によると、5kPa以下の減圧下で、鎖式飽和炭化水素、鎖式不飽和炭化水素ガスおよび環状炭化水素のうちの一つを浸炭源として、圧力およびガス組成が一定の、少なくとも一つの浸炭雰囲気を形成することと、この浸炭雰囲気中の炭素を活性化することと、所望の炭素含有量またはそれよりも少ない炭素含有量の金属線、金属帯および金属パイプのうちの一つの材料を連続的に前記浸炭雰囲気を通して、この一つの材料に浸炭することを含む、連続真空浸炭方法が提供される。

- [0009] 上記方法を効果的に実施するため、本発明の別の様相による連続真空浸炭装置は、一定空間を囲み、金属線、金属帯および金属パイプのうちの一つの材料を連続的に該一定空間を通すように形成した炉心部と、圧力およびガス組成が一定の、すく

なくとも一つの浸炭雰囲気を形成するように、5kPa以下の減圧下で、鎖式飽和炭化水素、鎖式不飽和炭化水素ガスおよび環状炭化水素のうちの一つを浸炭源として炉心部内に供給し排気する手段と、炉心部内で浸炭源中の炭素を活性化する手段とを有する。

[0010] 上記構成によると、浸炭雰囲気は、材料表面に酸化物層ができず、浸炭源が材料表面にすすを発生させない減圧状態であるとともに、炭素が活性化された状態で、圧力およびガス組成が一定である。被浸炭材料をこのような雰囲気中に通すことにより、浸透量のばらつきのすくない良好な浸炭が可能である。材料は連続して浸炭可能であり、多量の材料を効率的に処理することができる。

[0011] 上記連続真空浸炭方法は、さらに、浸炭雰囲気に続いて一つの材料が通る、浸炭源の存在しない一定領域を加熱して、この一つの材料に浸炭された炭素をその断面内部へ拡散させることを含むことが好ましい。

この一定領域には、キャリアガスを供給し排気して、キャリアガス雰囲気を形成しても良い。

そのため、上記連続真空浸炭装置は、一つの材料の移動方向に関して前記浸炭雰囲気の下流側に、浸炭源の存在しない、少なくとも一つのキャリアガス雰囲気を形成するように、炉心部にキャリアガスを供給し排気する手段を有することが好適である。

このような領域の設置によって、所望の炭素量を確実に材料内部へ拡散させることができる。

[0012] 上記炭素の活性化は、浸炭雰囲気を850℃～1050℃に加熱して行うことが好ましい。浸炭源ガスは加熱によって分解し、活性炭素を生ずる。この温度範囲は、浸炭源ガスの反応と、材料中へ浸入した炭素の拡散とを促進し、一方、材料中の粒成長を抑制する。

炭素の活性化は、浸炭雰囲気の加熱に加えて、炭素をプラズマ化してもよい。その為、上記連続真空浸炭装置は、炉心部を400℃～1050℃に加熱する電気ヒータと、グロー放電を行う放電器を有することが好ましい。炭素イオンを加速することによって、材料への浸炭を一層効率的に行うことができる。

[0013] 上記方法は、さらに、浸炭雰囲気の周囲を、この浸炭雰囲気よりも低圧にすることを含んでいてもよい。

上記装置は、一つの材料を炉心部に通すための繰り出し巻き取り機構と、炉心部、供給排気手段ならびに加熱手段を収納する真空容器とを有し、この真空容器が、その内部を炉心部内よりも低圧に保つようになっていることが好ましい。

周囲を低圧にすることにより、反応劣化したガスを速やかに浸炭雰囲気外へ出すとともに、外部の汚染ガスが浸炭雰囲気内に流入することを防止する。こうして、浸炭雰囲気内のガス組成を望ましい状態に安定して保つことができる。

[0014] 上記方法は、一つの材料を浸炭雰囲気に、次いで浸炭源のない一定領域を通すことを複数回繰り返してもよい。

このような方法を実施する為に、上記連続真空浸炭装置では、炉心部と供給排気手段が、炉心部内に複数の浸炭雰囲気を形成するようになっていることが好ましい。

鉄鋼材料によっては、中心部まで浸炭させるのに必要な炭素量を一度に浸炭すると、表面に粗大な網状炭化物を析出してしまうおそれがある。この場合には、少しづつ浸炭と拡散を複数回繰り返すパルス浸炭が有効である。炉心部に複数の浸炭雰囲気を形成することによって、このようなパルス浸炭を行うことができる。

[0015] 浸炭は、一つの材料が所望の炭素含有量またはそれ以上の炭素含有量となるまで行うことが好ましい。

このような方法によると、低炭素含有量の材料を用い、この材料を冷間加工で所望の形状にし、次いで良好な浸炭処理を行うことにより、材料の加工を容易にし、所望の強度を与えることができる。

[0016] 浸炭する材料は、金属線の場合には直径が0.02mmから3mmで、金属帯の場合には厚みもしくは幅が0.02mmから3mmで、金属パイプの場合には肉厚が0.02mmから3mmであってもよい。

本発明の連続真空浸炭方法は、一定浸炭雰囲気の中に材料を連続的に送ることにより、厚みと浸炭深さがほぼ同じレベルである厚みの小さい材料であっても、浸炭ばらつきが極めてわずかである。

浸炭は、材料の断面中心部までもよく、或いはその表層部のみであってもよい。

[0017] 浸炭する材料は、機械構造用炭素鋼、機械構造用合金鋼、工具鋼、ばね鋼、またはステンレス鋼であってもよい。

或いは、浸炭する材料は、ボロン、チタン、バナジウム、クロム、ジルコニウム、ニオブ、モリブデン、ハフニウム、タンタル、およびタングステンの炭化物形成元素を1元素以上含むニッケルおよびコバルト合金のうちの一つであってもよい。

或いは、浸炭する材料は、ボロン、チタン、バナジウム、クロム、ジルコニウム、ニオブ、モリブデン、ハフニウム、タンタル、およびタングステンの炭化物形成元素のうちの1元素を主成分とする金属または合金であってもよい。

#### 発明の効果

[0018] 以上述べた通り、本発明の連続真空浸炭方法および装置によると、材料を一定浸炭雰囲気中に通すことにより、浸透量のばらつきの極めて少ない、良好な浸炭を行うことが可能である。特に、径や厚みが小さい材料の場合、従来、熱処理後に所定の硬さが得られない問題や、或いは粗大炭化物が生成する問題があったが、本発明の方法および装置によると、これらの問題を防止することができる。

#### 発明を実施するための最良の形態

[0019] 本発明の連続真空浸炭方法と装置を、添付図面に示す実施例に基づいて詳細に説明する。

図1は、本発明の実施例による連続真空浸炭装置を採用した、工具鋼線の製造工程を概略的に示している。この工程は、低炭素合金鋼の線材を原料として、連続線引き段階と、連続歪取焼鈍段階と、炭化物分散浸炭段階と、焼入焼き戻し段階とを含んでいる。

[0020] 連続線引き段階では、線材を供給側から巻き取り側へ連続的に送り、複数のダイスを通して高能率に線引きする。直径5〜8mmの線材は、ダイスに5回から20回ほど通され、断面積を1/5以下に細くされる。

この加工によって硬化した線材は、次いで連続歪取焼鈍段階に移され、連続歪取炉にて所定の温度に加熱されて、硬さを低下される。その後、線材は連続線引き段階へ戻されて、断面積が1/5以下に細くなるまで再び線引される。線引と連続歪取は、線材が所定の線径に達するまで繰り返される。

[0021] 線材は、所定の線径まで線引き完了すると、炭化物分散浸炭段階に移される。この段階では、本発明の連続真空浸炭装置が、線材に断面内部まで浸炭処理を施す。

浸炭の終わった線材は、焼入焼き戻し段階へ移される。この段階では、連続焼入焼き戻し炉で、線材に連続的に焼入れおよび焼き戻しを施し、こうして所定硬度の線材が得られる。

[0022] 図2は、本実施例の連続真空浸炭装置ないし炉を詳細に示している。

この連続真空浸炭炉は、細長い真空容器9と、同容器内にその長手方向に沿って配置した複数(図示例では3つ)の炉心管1, 11, 12と、所定径に線引き完了した鋼線7を、これら炉心管から成る炉心部に通す繰り出し巻き取り機構とを有する。

[0023] 各炉心管1, 11または12は、両端を開いた細長い形状で、浸炭ガス導入管2と、キャリアガス導入管3と、一対の排気管4, 4を備えている。さらに、各炉心管には、その長手方向に沿って電気ヒータ10が設けられている。

これら導入管2, 3と排気管4, 4は、真空容器9を貫いて炉心管に接続していて、真空容器外から浸炭ガスとキャリアガスを炉心管へ導入し、真空容器外へ排出するようになっている。

[0024] 排気管4, 4は、炉心管の長手方向に関して浸炭ガス導入管2の両側に配置され、これら排気管の間の炉心管内は、浸炭ガスが占める浸炭部5となる。キャリアガス導入管3は、鋼線7の移動方向に関して、導入管2と排気管4, 4の下流側に配置され、この下流側の炉心管内はキャリアガスの充満する拡散部6となる。

なお、図2では、炉心管1のみに参照符号2から6および10を付しているが、炉心管11, 12も同様な構造である。

[0025] 真空容器9は、真空排気弁(図示なし)を設けた排気管8を有し、容器内を排気可能である。

繰り出し巻き取り機構は、真空容器内で炉心管1, 11, 12の両側に配置した繰り出し側ボビン13と、巻き取り側ボビン14とを含む。これらボビン13, 14は回転駆動され、ボビン13に巻いた鋼線7を繰り出し、炉心管1, 11, 12を通してボビン14に巻き取る。

なお、繰り出し巻き取り機構は真空容器の外に設置しても良い。この場合、差動排

気機構を設けて、鋼線7の移動に伴って大気が真空容器内へ侵入しないようにすることが望ましい。

[0026] この連続真空浸炭炉は、本発明方法の実施例に従って、次のように運転する。

まず、鋼線7を、繰り出し側ボビン13から炉心管1, 11, 12に通して、巻き取り側ボビン14に接続する。次いで、排気管8から真空容器9全体を十分に排気する。真空容器内が10Pa以下の所定の真空度になると、ヒータ10に電流を流して、炉心管1, 11, 12を850℃から1050℃の所定の温度に加熱する。

[0027] その後、浸炭ガス導入管2およびキャリアガス導入管3から、エチレンなどの浸炭源ガスおよび窒素またはアルゴンなどのキャリアガスを炉心管1, 11, 12内へ導入する。同時に、排気管8の真空排気弁を調節して、真空容器9内の真空を制御することにより、炉心管1, 11, 12内部の圧力を5kPa以下、好ましくは1〜3kPaまで復圧する。

かかる雰囲気調整の後に、繰り出し巻き取り機構を作動し、鋼線7を炉心管1, 11, 12を通過させて、ボビン14に巻き取る。必要量の鋼線が得られたら、炉を冷却し、真空容器を真空破壊し、ボビンごと鋼線7を炉から取り出す。こうして、所定径に加工し、浸炭した鋼線が得られる。

[0028] 浸炭源ガスは、850℃〜1050℃に加熱された各炉心管に、導入管2と排気管4, 4から連続的に導入および排気されることによって、真空浸炭可能な、圧力および組成ガスの一定な浸炭雰囲気として機能する。この雰囲気は、そこを通過する鋼線7を浸炭させる。浸炭された鋼線7は、続いて、各炉心管の加熱された拡散部6を通る。この拡散部には浸炭源となるガスが無く、鋼線7の表面から浸炭された炭素が合金断面内部に拡散する。

浸炭部分は表面近傍に限定しても、中心部まで全体を浸炭してもよい。

[0029] 本発明の連続真空浸炭方法は、5kPa以下の減圧下で、鎖式飽和炭化水素または鎖式不飽和炭化水素ガスまたは環状炭化水素を浸炭源としている。その理由は、5kPaを超える圧力では被処理材料の表面にすすが発生し、正常に浸炭できなくなるからである。また、減圧下の浸炭雰囲気とする理由は、常圧下で行うガス浸炭では、被処理材料の表面に5〜10  $\mu$ mの酸化物層が生成するからである。特に、比表面積の大きい細径の線材においては、それによる欠陥が及ぼす影響が大きい。

[0030] 上述した浸炭雰囲気中の加熱温度条件は、850℃以下では、アセチレン等の特定のガスを除いて、浸炭源となるべきガスが、材料の表面でセメンタイトを形成する反応を開始せず、結果として材料が浸炭されないからである。また、850℃以下では、炭素の鋼中での拡散速度が小さく、浸炭拡散作業が非効率になるからである。一方、1050℃以下としたのは、1050℃を超える温度では鋼線の粒成長が著しく、機械的性質を損なうからである。

[0031] 本発明の連続真空浸炭方法で処理する材料は、例えば線材の場合、直径が0.02mm〜3mmであることが好ましい。0.02mm未満では、浸炭深さのコントロールが困難である。3mmを超える直径では、中心部まで浸炭するに要する浸炭時間が長く、ガス導入時間のばらつきによる影響が少ないので、浸炭にあえて本発明の方法を用いる必要性が無いからである。

なお、材料の大きさにかかわらず、その表層部分のみを一定濃度で浸炭する場合には、本発明の方法が有効であることはいうまでもない。

[0032] 上記実施例では、炉心管1、11、12を加熱して浸炭源ガス中の炭素を活性化しているが、これにプラズマ化を併用してもよい。

図3は、そのような真空プラズマ浸炭を行う、本発明の別の実施例による連続真空浸炭装置の要部を示している。この装置は、プラズマ化を行う部分を除いて、図2の実施例と同様の構成でよく、同一ないし同様な構成部分には同一の参照符号を付して説明を省略する。

[0033] この実施例の連続真空浸炭装置は、図2の装置構成に加えて、放電器15を備える。放電器15は、炉心管1と、ボビン13を介して鋼線7とに電気接続されている。装置の作動時、放電器15は、炉心管1を陽極とし鋼線7を陰極として電圧を加える。これにより、炉心管1内にグロー放電が起こり、導入された浸炭源ガスをプラズマ化する。加えて、電気ヒータ10が、炉心管1を400℃〜1050℃に加熱する。

プラズマ浸炭源ガス中の炭素はイオン化され、この炭素イオンが鋼線7の表面に効果的に付着する。本実施例の装置は、こうして、浸炭源ガスをプラズマ化することにより、鋼線7の浸炭を一層促進する。

[0034] 図4Aは、図2の連続真空浸炭装置のガス導入管2、3および排気管4、4を拡大し

て示している。

図4Aの管配置は、各炉心管の斜線部分のみを浸炭源ガス雰囲気すなわち浸炭部5とし、図面右側の、隣接した領域を浸炭源ガスの存在しない拡散部6とするためのものである。すなわち、浸炭ガスとキャリアガスは同時に炉心管内に導入され、その内部で混合しようとする。排気管4を導入管2と3の間に配置し、両ガスの中間部において炉心管から独立に排気することにより、浸炭ガスが炉心管の右側へ侵入することを防ぐことができる。

- [0035] 炉心管への浸炭源の導入および排気は炉心管内部の浸炭源を適正圧力および雰囲気に保つために行うものであり、浸炭ガスの導入位置から排気部分までの範囲に、浸炭源となるガスが存在する。このガスが拡散部に漏れるのを防止するために、ブロッキング用のキャリアガス導入管を拡散部との境界付近に設置しても良い。

あるいは、浸炭部の炉心管部分と拡散部の炉心管部分を切り離して、浸炭部に導入される浸炭源ガスを真空容器内へ逃がすことにより、浸炭ガスの拡散部への漏れ出しを防いでもよい。いずれにしても、浸炭部と拡散部を、それぞれ浸炭源ガス雰囲気と、浸炭源の存在しない雰囲気に保つことが重要である。

- [0036] 図4Bと図4Cは、拡散部への浸炭ガスの漏れ出しを防ぐ為の、図4Aの配置の変更例をそれぞれ示している。

図4Bの例では、炉心管右側領域への浸炭ガスの侵入防止をより確実にするために、炉心管へのキャリアガス導入管31-33と、排気管41, 42を増やしている。

図4Cの例では、浸炭領域用の炉心管と拡散領域用の炉心管とを完全に分けて設置している。この場合、浸炭ガスおよびキャリアガスはそれぞれの炉心管から真空容器内へ逃げるので、炉心管から直接排気する必要は無い。

- [0037] 上述した製造工程により、機械構造用炭素鋼、機械構造用合金鋼、工具鋼、ばね鋼もしくはステンレス鋼線材を試作した結果を表1に示す。表1は、各種鋼材の圧延コイルを線引加工して本発明による浸炭と、従来方式によるバッチ処理の浸炭を行うことにより作った試料について、浸炭後の炭素量を6カ所で測定して調べたばらつきを示している。

表1中の試作No. 1-No. 9は工具鋼線材、試作No. 10-No. 15はステンレス

鋼線材、試作No. 16～No. 17は炭素鋼線材、試作No. 18～19は合金鋼線材、試作No. 20～21はばね鋼線材である。

[0038] [表1]

No	圧延コイルの化学組成 (wt %)							製法区分		線径 mm	浸炭 温度 °C	浸炭 時間 分	拡散 温度 °C	拡散 時間 分	浸炭後C%						評価 結果
	C	Cr	W	Mo	V	Co	Fe	炭素量調整 線引後に浸炭	浸炭方法 本発明方法 従来方法						1	2	3	4	5	6	
1	0.20	3.9	6.1	4.9	1.9		残	残	線引後に浸炭	0.1	950	0.27	1000	1.5	0.92	0.92	0.93	0.92	0.93	0.93	図4
2	0.20	3.9	6.1	4.9	1.9		残	残	線引後に浸炭	0.1	950	0.27	1000	1.5	0.82	0.25	1.32	2.20	1.01	0.90	
3	0.90	3.9	6.0	4.8	2.0		残	残	溶製材のまま	0.1	950	0.27	1000	1.5	0.82	0.25	1.32	2.20	1.01	0.90	
4	0.20	3.9	6.1	4.9	1.9		残	残	線引後に浸炭	3.0	1030	10.00	1040	90.0	0.95	0.95	0.95	0.95	0.96	0.95	図5
5	0.20	3.9	6.1	4.9	1.9		残	残	線引後に浸炭	3.0	1030	10.00	1040	90.0	0.95	0.93	0.96	0.95	0.93	0.93	
6	0.89	4.0	6.1	4.9	1.9		残	残	溶製材のまま	3.0	1030	10.00	1040	90.0	0.95	0.93	0.96	0.95	0.93	0.93	
7	0.35	4.0	6.3	5.1	2.8	8.0	残	残	線引後に浸炭	0.2	950	0.58	1020	3.0	1.24	1.26	1.26	1.25	1.26	1.26	図6
8	1.25	4.0	6.2	5.2	2.7	7.9	残	残	線引後に浸炭	0.2	950	0.58	1020	3.0	1.33	1.58	0.10	0.25	1.45	0.75	
9	0.25	12.5		1.0	0.3		残	残	線引後に浸炭	0.2	1000	3.00	900	12.0	1.55	1.54	1.53	1.53	1.54	1.54	
10	0.90	16.3		0.5			残	残	線引後に浸炭	0.2	900	0.85	850	3.0	1.00	1.20	0.50	0.87	0.76	1.35	
11	0.30	13.5					残	残	線引後に浸炭	0.2	900	0.85	850	3.0	1.45	1.45	1.47	1.45	1.45	1.45	
12	0.05						残	残	線引後に浸炭	0.2	880	0.85	850	3.0	1.24	1.36	1.04	1.25	1.19	1.45	
13	0.05						残	残	線引後に浸炭	0.2	880	0.85	850	3.0	0.55	0.56	0.54	0.56	0.54	0.54	
14	0.05						残	残	線引後に浸炭	0.2	880	0.85	850	3.0	0.74	1.03	0.88	0.99	0.55	0.88	
15	0.05						残	残	線引後に浸炭	0.5	900	2.00	850	4.0	1.25	1.26	1.24	1.24	1.24	1.26	
16	0.04	1.0					残	残	線引後に浸炭	0.4	900	2.00	850	4.0	1.00	2.65	1.25	1.75	0.35	0.55	
17	0.05	0.9			0.2		残	残	線引後に浸炭	1.0	1000	2.50	900	8.0	1.24	1.24	1.26	1.24	1.26	1.25	
18	0.05	0.9			0.2		残	残	線引後に浸炭	1.0	1000	2.50	900	8.0	2.35	0.95	0.05	1.05	1.98	1.22	
19	0.05	0.9			0.2		残	残	線引後に浸炭	1.0	1000	2.50	900	8.0	1.20	1.19	1.21	1.20	1.19	1.20	
20	0.05	0.9			0.2		残	残	線引後に浸炭	1.0	1000	2.50	900	8.0	1.20	2.55	2.32	1.05	0.08	1.96	
21	0.05	0.9			0.2		残	残	線引後に浸炭	1.0	1000	2.50	900	8.0	1.20	2.55	2.32	1.05	0.08	1.96	

[0039] 表1によれば、直径0.1mmの場合、従来の浸炭法では浸炭ばらつきが約2.0%に対して、本発明方法では0.01%である。また、直径0.2mmでは、従来の浸炭法では浸炭ばらつきが約1.5%に対して、本発明方法では約0.02%である。このように本発明の連続真空浸炭方法では、良好な結果が得られた。

[0040] 工具鋼線材のうち、試作No. 1〜3で作った径0.1mmのSKH51相当の鋼線からプローブピンを、試作No. 4〜6で作った径3mmのSKH51相当の鋼線からドリルを、そして試作No. 7〜9で作った径0.2mmのCo含有高速度工具鋼線からドットピンをそれぞれ製作した。その性能評価結果を図5、図6および図7に示す。

[0041] 図5のグラフは、試作したプローブピンの曲げ強度を比較して示している。

試作No. 1は、所望量より少ない炭素含有量の直径5.5mmの圧延コイルを径0.1mmまで線引後、本発明の連続真空浸炭方法により、所望の炭素含有量にしたものである。試作No. 2は、試作No. 1と同じ圧延コイルを同様に線引後、従来方法により所定の炭素含有量にすることを計ったものであるが、浸炭結果のばらつきが大きく、炭素含有量が所定範囲内のサンプルを選別してプローブピンに引当している。試作No. 3では、既に所望の炭素量を含んだ直径5.5mmの圧延コイルを径0.1mmまで線引したものである。

[0042] 図6のグラフは、試作したドリルを図示の条件の切削加工に用いた場合の寿命を比較して示している。

試作No. 4は、所望量より少ない炭素含有量の直径5.5mmの圧延コイルを径3mmまで線引後、本発明の連続真空浸炭方法により所望炭素含有量まで浸炭したものである。試作No. 5は、No. 4と同じ圧延コイルを同様に線引後、従来方法により所望炭素含有量まで浸炭したものである。試作No. 6は、既に所望量の炭素を含んだ径5.5mmの圧延コイルを径3mmまで線引したものである。

[0043] 図7のグラフは、試作したドットピンの曲げ強度を比較して示している。

試作No. 7は、所望量より少ない炭素含有量の直径5.5mmの圧延コイルを径0.2mmまで線引後、本発明の連続真空浸炭方法により、所望の炭素含有量にしたものである。試作No. 8は、試作No. 7と同じ圧延コイルを同様に線引後、従来方法により所定の炭素含有量にすることを計ったものであるが、浸炭結果のばらつきが大き

く、炭素含有量が所定範囲内のサンプルを選別してドットピンに引当している。試作No. 9では、既に所望の炭素量を含んだ直径5.5mmの圧延コイルを径0.2mmまで線引したものである。

[0044] 図5から図7のグラフに示すそれぞれ工具鋼線材のうち、試作No. 1, 2, 4, 5, 7および8は、所望の炭素含有量より低炭素の鋼線を高能率で線引後に浸炭することによって、所望の炭素含有量の鋼線を得たものである。

[0045] 図5から図7に示したプローブピンおよびドットピンの曲げ応力ならびにドリルの切削寿命は、比較例として示した所望炭素量を含む圧延コイルから製作した試料に対して、線引後に浸炭した試料は従来方法および本発明方法ともに上回っている。その中でも、本発明方法の方がさらに良い結果が得られている。これは、本発明の方法がより粗大炭化物等の生じにくい優れた浸炭方法であることによる効果である。

[0046] 本発明の連続真空浸炭方法を、ニッケルとチタンからなるニチノール線材に適用した結果を表2に示す。表2は、本発明方法および従来方法によって浸炭したニチノール線材について、炭素含有量を6カ所で測定して調べたばらつきを示している。

表2から、表1の鋼材における結果と同様に、本発明方法による浸炭は従来方法にくらべて炭素量のばらつきが格段に少ないことがわかる。

[0047] [表2]

No	供給線の化学組成 ( w t % )			製法区分			線径 mm	浸炭 温度 °C	浸炭 時間 分	拡散 温度 °C	拡散 時間 分	浸炭後C%					
	C	Ti	Ni	炭素量調整	浸炭方法							1	2	3	4	5	6
1	0.01	45.0	55.0	供給線に浸炭	本発明方法		0.5	950	1.00	950	3.0	2.20	2.21	2.20	2.20	2.20	2.20
2					従来方法							0.50	0.25	0.99	3.20	2.45	1.91

[0048] 本発明を実施例に基づいて説明したが、本発明はこれら特定の形態のみに限定されるものでなく、添付の請求の範囲に記載する定義内で、説明した特定形態を種々に変更することが可能であり、或いは本発明は別の形態を採ることもできる。

例えば、上述の実施例は鋼線を浸炭するものとしているが、本発明は、断面形状が円形の線のみならず、パイプ状や帯状などの異形状であっても、その断面が小さな材料であれば、線と同様に有効である。

[0049] さらに、第1の炉心管の後半部分あるいは第2、第3の炉心管に、浸炭源の代わりに例えば窒素ガスを導入し、浸炭後の金属線がこれら炉心管を通る際にその表面に窒化相を形成させて、傾斜機能材料を製造することもできる。

#### 産業上の利用可能性

[0050] 所望量より少ない炭素含有量の工具鋼を用い、本発明の浸炭を行うことによって、高い製造効率で工具鋼細線を製造でき、ドットプリンタ用ピン、プローブピン、ドリル等に用いられる工具鋼鋼線の製造リードタイムが大幅に短縮できる。

また、本発明の浸炭をステンレス鋼に適用することによって、従来の浸炭方法では得られない深さ精度で、表面近傍に均一に浸炭層を得ることができる。そのため、断面内部が柔軟性を有し、表面から任意の一定深さまで浸炭されて適度な剛性を有する極細ステンレス鋼鋼線が得られ、耐食・耐摩耗性の要求される機械部品への応用範囲が広がる。

或いは、ニッケル合金の一例であるニチノールに浸炭することにより、表面もしくは断面内部に微細な炭化物が析出する。これをカテーテル用ガイドワイヤへ応用すると、柔軟性ととも適度な剛性を有する操作性に優れたガイドワイヤが得られる。

#### 図面の簡単な説明

[0051] [図1]本発明の実施例による連続真空浸炭装置を採用した工具鋼鋼線の製造工程を示す概略図である。

[図2]図1の連続真空浸炭装置の縦断面図である。

[図3]本発明の別の実施例による連続真空浸炭装置の要部を示す断面図である。

[図4A]図2の装置のガス導入管と排気管の配置を示す図である。

[図4B]図4Aの管配置の変更例を示す図である。

[図4C]図4Aの管配置の別の変更例を示す図である。

[図5]本発明方法と従来方法によって試作したプローブピンの曲げ強度を比較して示すグラフである。

[図6]本発明方法と従来方法によって試作したドリル材の加工性能を比較して示すグラフである。

[図7]本発明方法と従来方法によって試作したドットピンの曲げ強度を比較して示すグラフである。

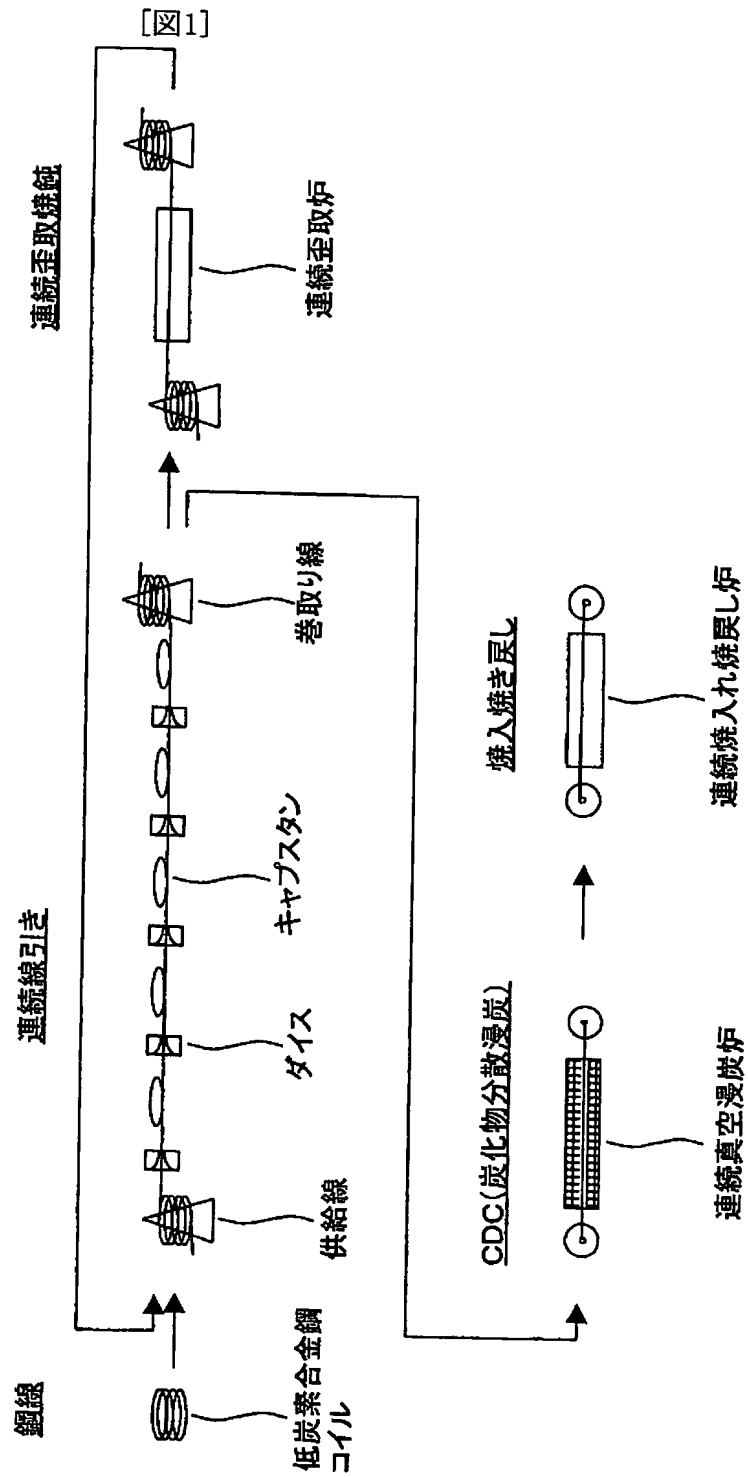
## 請求の範囲

- [1] 5kPa以下の減圧下で、鎖式飽和炭化水素、鎖式不飽和炭化水素ガスおよび環状炭化水素のうちの一つを浸炭源として、圧力およびガス組成が一定の、少なくとも一つの浸炭雰囲気を形成することと、この浸炭雰囲気中の炭素を活性化することと、所望の炭素含有量またはそれよりも少ない炭素含有量の金属線、金属帯および金属パイプのうちの一つの材料を連続的に前記浸炭雰囲気を通して、この一つの材料に浸炭することを含む、連続真空浸炭方法。
- [2] 請求項1による方法であって、さらに、前記浸炭雰囲気に続いて前記一つの材料が通る、前記浸炭源の存在しない一定領域を加熱して、この一つの材料に浸炭された炭素をその断面内部へ拡散させることとを含む、連続真空浸炭方法。
- [3] 請求項1による方法において、前記炭素を活性化することは、前記浸炭雰囲気を850℃～1050℃に加熱することを含む、連続真空浸炭方法。
- [4] 請求項1による方法において、前記炭素を活性化することは、炭素をプラズマ化することと、前記浸炭雰囲気を400℃～1050℃に加熱することとを含む、連続真空浸炭方法。
- [5] 請求項1による方法であって、さらに、前記浸炭雰囲気の周囲を、該浸炭雰囲気よりも低圧にすることを含む、連続真空浸炭方法。
- [6] 請求項2による方法であって、さらに、前記一定領域にキャリアガスを供給し排気して、キャリアガス雰囲気を形成することを含む、連続真空浸炭方法。
- [7] 請求項2による方法において、前記一つの材料を前記浸炭雰囲気に、次いで前記一定領域を通すことを複数回繰り返す、連続真空浸炭方法。
- [8] 請求項1による方法において、浸炭は、前記一つの材料が所望の炭素含有量またはそれ以上の炭素含有量となるまで行う、連続真空浸炭方法。
- [9] 請求項1による方法において、前記一つの材料は、金属線の場合には直径が0.02mmから3mmで、金属帯の場合には厚みもしくは幅が0.02mmから3mmで、金属パイプの場合には肉厚が0.02mmから3mmであり、該一つの材料の断面中心部まで浸炭される、連続真空浸炭方法。
- [10] 請求項1による方法において、前記一つの材料は、その表層部のみに浸炭される、

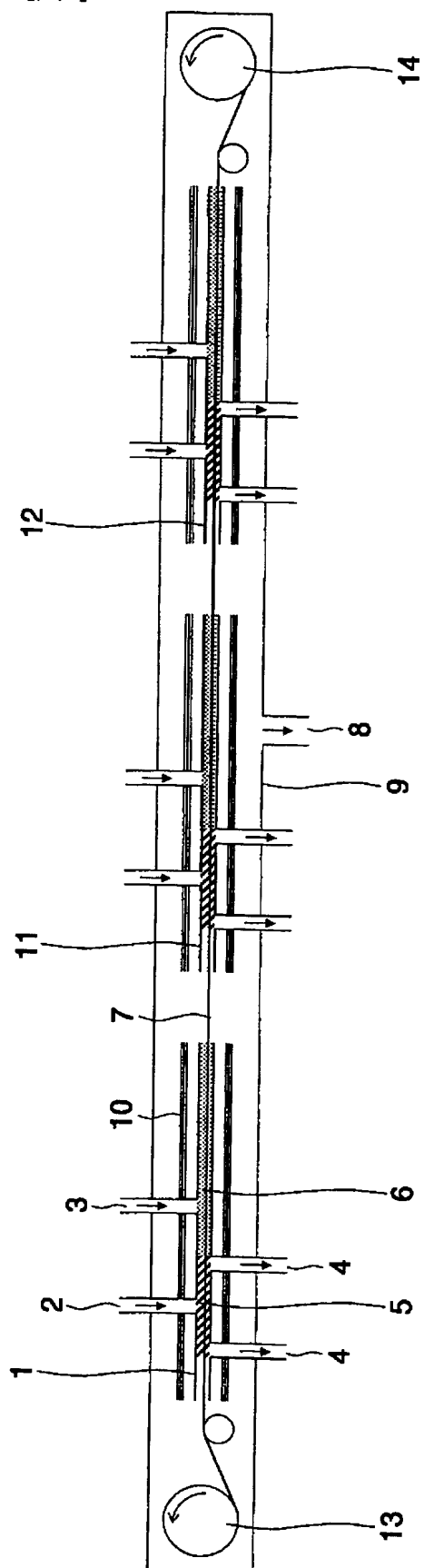
連続真空浸炭方法。

- [11] 請求項1による方法において、前記一つの材料は、機械構造用炭素鋼、機械構造用合金鋼、工具鋼、ばね鋼およびステンレス鋼のうちの一つから成る、連続真空浸炭方法。
- [12] 請求項1による方法において、前記一つの材料は、ボロン、チタン、バナジウム、クロム、ジルコニウム、ニオブ、モリブデン、ハフニウム、タンタル、およびタングステンの炭化物形成元素を1元素以上含むニッケルおよびコバルト合金のうちの一つから成る、連続真空浸炭方法。
- [13] 請求項1による方法において、前記一つの材料は、ボロン、チタン、バナジウム、クロム、ジルコニウム、ニオブ、モリブデン、ハフニウム、タンタル、およびタングステンの炭化物形成元素のうち1元素を主成分とする金属および合金のうちの一つから成る、連続真空浸炭方法。
- [14] 一定空間を囲み、金属線、金属帯および金属パイプのうちの一つの材料を連続的に該一定空間を通すように形成した炉心部と、  
圧力およびガス組成が一定の、すくなくとも一つの浸炭雰囲気を形成するように、5 kPa以下の減圧下で、鎖式飽和炭化水素、鎖式不飽和炭化水素ガスおよび環状炭化水素のうちの一つを浸炭源として前記炉心部内に供給し排気する手段と、  
前記炉心部内で浸炭源中の炭素を活性化する手段  
とを有する、連続真空浸炭装置。
- [15] 請求項14による装置において、前記炭素を活性化する手段は、前記炉心部を850℃〜1050℃に加熱する電気ヒータを含む、連続真空浸炭装置。
- [16] 請求項14による装置において、前記炭素を活性化する手段は、前記炉心部内でグロー放電を行う放電装置と、該炉心部を400℃〜1050℃に加熱する電気ヒータとを含む、連続真空浸炭装置。
- [17] 請求項14による装置であって、さらに、前記一つの材料を前記炉心部に通す繰出し巻き取り機構と、前記炉心部、供給排気手段および加熱手段を収納する真空容器とを有し、この真空容器は、その内部を前記炉心部内よりも低圧に保つようになっている、連続真空浸炭装置。

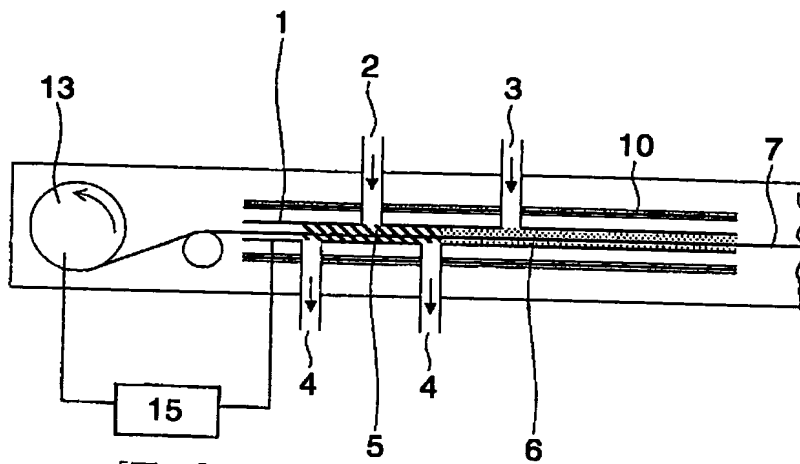
- [18] 請求項14による装置であって、さらに、前記一つの材料の移動方向に関して前記浸炭雰囲気の下流側に、前記浸炭源の存在しない、少なくとも一つのキャリアガス雰囲気を形成するように、前記炉心部にキャリアガスを供給し排気する手段を有する、連続真空浸炭装置。
- [19] 請求項14による装置において、前記炉心部と前記供給排気手段は、該炉心部内に複数の浸炭雰囲気を形成するようになっている、連続真空浸炭装置。



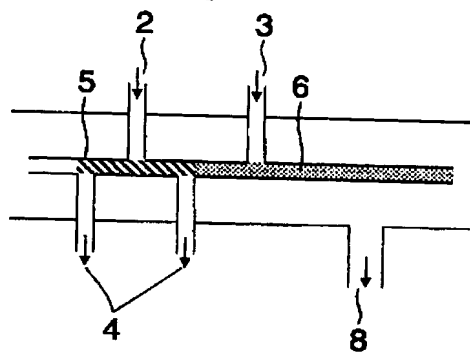
[図2]



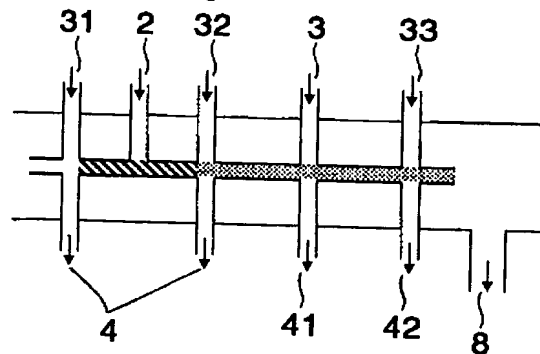
[図3]



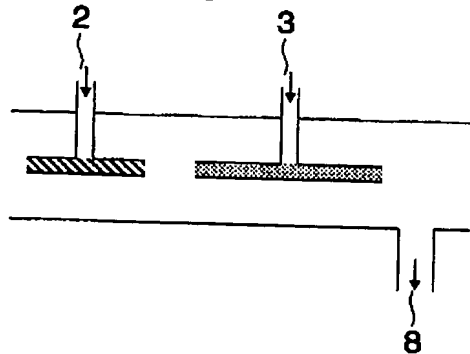
[図4A]



[図4B]

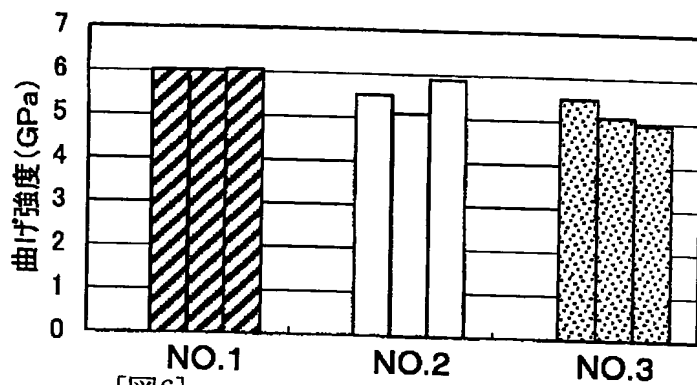


[図4C]



[図5]

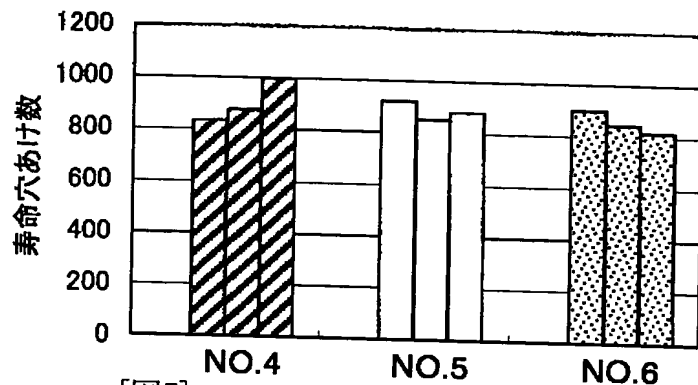
プローブピンの曲げ強度



硬さ : 900HV  
直径 : 0.1mm

[図6]

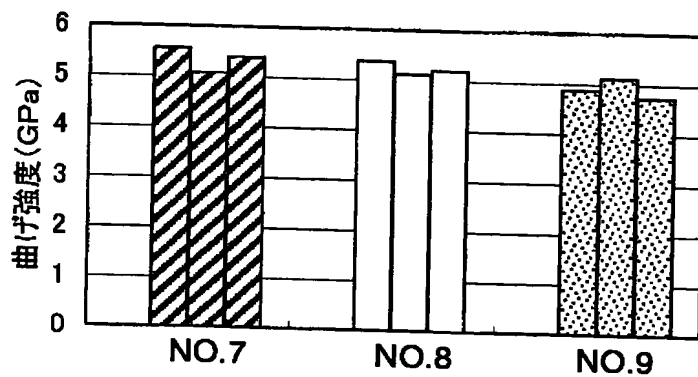
ドリル材の加工性能



切削条件  
ドリル : 3mm  
切削速度 : 15m/min  
送り速度 : 0.06mm/rev  
穴深さ : 10mm通り穴  
被削材 : SUS304(170HB)  
切削油剤 : 水溶性

[図7]

ドットピンの曲げ強度



硬さ : 900HV  
直径 : 0.2mm

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2004/009181

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER  
Int.Cl<sup>7</sup> C23C8/20, C23C8/36

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)  
Int.Cl<sup>7</sup> C23C8/20, C23C8/36

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched  
Jitsuyo Shinan Koho 1922-1996 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2004  
Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2004 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2004

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y A	JP 3-247749 A (Sumitomo Heavy Industries, Ltd.), 05 November, 1991 (05.11.91), Full text (Family: none)	1-4, 8-11, 13-16 <u>5-7, 12, 17-19</u>
Y	JP 3-87350 A (Showa Electric Wire & Cable Co., Ltd.), 12 April, 1991 (12.04.91), Full text (Family: none)	1-4, 8-11, 13-16
Y	JP 2003-171756 A (Chugai Ro Co., Ltd.), 20 June, 2003 (20.06.03), Full text (Family: none)	1-4, 8-11, 13-16

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

\* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search  
30 September, 2004 (30.09.04)

Date of mailing of the international search report  
19 October, 2004 (19.10.04)

Name and mailing address of the ISA/  
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

International application No.

PCT/JP2004/009181

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 2003-129215 A (Kabushiki Kaisha Tanaka), 08 May, 2003 (08.05.03), Full text (Family: none)	1-4, 8-11, 13-16

## 国際調査報告

国際出願番号 PCT/JP2004/009181

## A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl<sup>7</sup> C23C8/20, C23C8/36

## B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl<sup>7</sup> C23C8/20, C23C8/36

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2004年
日本国登録実用新案公報	1994-2004年
日本国実用新案登録公報	1996-2004年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

## C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y <u>A</u>	JP 3-247749 A (住友重機械工業株式会社) 1991. 11. 05, 全文 (ファミリーなし)	1-4, 8-11, 13-16 5-7, 12, 17-19
Y	JP 3-87350 A (昭和電線電纜株式会社) 1991. 04. 12, 全文 (ファミリーなし)	1-4, 8-11, 13-16
Y	JP 2003-171756 A (中外炉工業株式会社) 2003. 06. 20, 全文 (ファミリーなし)	1-4, 8-11, 13-16

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

## \* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの  
「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの  
「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)  
「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献  
「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献  
「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの  
「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの  
「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの  
「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

30.09.2004

国際調査報告の発送日

19.10.2004

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J-P)  
郵便番号100-8915  
東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

瀧口 博史

4E

3032

電話番号 03-3581-1101 内線 3423

C (続き). 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y	JP 2003-129215 A (株式会社田中) 2003. 05. 08, 全文 (ファミリーなし)	1-4, 8-11, 13-16